

# Validación de método para tratamiento de residuos en dos análisis bromatológicos realizados en CIPA S.A

Method validation for waste treatment in two bromatological analysis

Jhon David Pineda Lopera; Carlos Humberto Montoya Navarrete

Correo-e: jhonp@utp.edu.co; camontoy@utp.edu.co

Escuela de Tecnología Química, Universidad Tecnológica de Pereira, Pereira, Colombia

**RESUMEN-** Este documento propone la implementación de un tratamiento de residuos para dos análisis bromatológicos: recuperación del cromo hexavalente en “Determinación de Cloruros” (Norma Técnica Colombiana, NTC 696) y recuperación de cloroformo en “Determinación de Peróxidos” (Norma Técnica Colombiana, NTC 236); técnicas aplicadas en el laboratorio de bromatología de la empresa CIPA S.A, para control de calidad en materia prima y producto terminado. Se emplea la técnica más favorable a los métodos utilizados para reducir el vertimiento hacia el alcantarillado y su impacto al medio ambiente. Como parte del tratamiento, se obtiene el cromo hexavalente de forma sólida y el cloroformo puro para reutilización en la determinación.

**Palabras clave-** tratamiento, residuos, cloruros, peróxidos, cloroformo, cromo.

**Abstract-** This document proposes the implementation of a waste treatment on two bromatological analysis: hexavalent chrome recovery in “Chlorides determination” (Colombian Technical Standard. NTC 696) and chloroform recovery in “Peroxides determination” (Colombian Technical Standard. NTC 236); applied techniques in the bromatology laboratory from CIPA S.A, to the quality control on raw material and finished product. The most favorable technique is used to the applied methods to reduces the dump to the sewer and its impact into the environment. As part of the treatment, we obtain the hexavalent chrome in solid state and pure chloroform to reuse in its determination.

**Key words-** treatment, wastes, chlorides, peroxides, chloroform, chrome.

## 1. INTRODUCCIÓN

“CIPA S.A es una empresa que se dedica a producir y comercializar alimentos para animales en todas las líneas de explotación animal.”[1]; cada especie animal es única, y por lo tanto su correcta alimentación es esencial para su continuo crecimiento y evolución hasta la edad adulta, sean destinados o no para consumo humano. Cada materia prima puede otorgar un amplio espectro de características nutricionales, entre ellos se encuentran la proteína, grasa, fibra, azúcares e incluso minerales necesarios para el organismo.

La producción de un alimento concentrado es realizada a partir de las necesidades del mismo animal, por lo que las propiedades nutricionales varían de acuerdo a la función principal del alimento sobre el cual, el animal será alimentado. De acuerdo a lo anterior mencionado, cada alimento debe cumplir con unos requerimientos, los cuales son aprobados por el Instituto Colombiano Agropecuario ICA, entre estos se encuentran: Contenido de materia grasa, contenido de fibra, contenido de proteína, contenido de calcio en minerales, contenido de cloruros, entre otros.

Las materias primas en los alimentos pueden ser desde material de subproductos derivados del trigo, la soya, el maíz y demás producto vegetal, que no son utilizados por estas industrias; también se utilizan materias de origen animal, que pueden ser

sólidas como lo son las harinas de pescado, pollo, o restos no utilizados en otras industrias (carne y hueso), y los extractos líquidos obtenidos de los animales como aceite de pollo, sebo de res o aceite de pescado; otro líquido muy utilizado en esta industria es el aceite de palma.

Las determinaciones de materia orgánica (proteína, grasa, etc.) son realizados en la compañía CIPA S.A, sede Bello (Antioquia), ya que la empresa cuenta con un equipo de infrarrojo cercano (NIR), el cual permite la cuantificación porcentual de estas propiedades nutricionales.

Entre los análisis para aseguramiento de la calidad de materias primas utilizados y producto terminado en la empresa CIPA S.A de la ciudad de Cartago (Valle del Cauca) se dividen de acuerdo a la materia prima que se recibe, los cuales son:

**Tabla 1.** Análisis bromatológicos realizados en CIPA S.A, Cartago.

<b>Materia prima sólida</b>	<b>Materia prima líquida</b>
<ul style="list-style-type: none"> <li>• Determinación de calcio.</li> <li>• Determinación de cloruros.</li> <li>• Determinación de cenizas</li> <li>• Determinación de humedad.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Determinación de acidez.</li> <li>• Determinación de índice de peróxidos.</li> <li>• Determinación de humedad.</li> <li>• Determinación de densidad.</li> </ul>

En este documento se busca la implementación de un proyecto ambiental, con el cual busca reducirse el impacto generado por los residuos del área de calidad; conociendo los análisis bromatológicos aplicados, se seleccionan dos procedimientos que puedan significar un riesgo a largo plazo. Entre estos análisis se seleccionaron la determinación de cloruros y determinación de peróxidos.

En la determinación de cloruros, se utiliza cromato de potasio como reactivo indicador, el cual hace parte de la familia del cromo hexavalente; estas son las sales de cromo más tóxicas, generando daños genotóxicos por la absorción de este por vía cutánea, oral o respiratoria, afectando gran parte del organismo.[2]

En la determinación de peróxidos, se emplean dos reactivos orgánicos, el cloroformo y el ácido acético. El cloroformo es el solvente orgánico más accesible en el mercado, sin embargo, es considerado un contaminante orgánico nocivo y que podría generar daños en el organismo en exposiciones prolongadas. Mientras que el ácido acético es un reactivo muy útil ya que actúa como disolvente polar y a su vez apolar, es altamente inflamable y corrosivo.

Luego de detectar los analitos de interés para cada determinación, se selecciona el método más accesible para la empresa en cuanto a equipo y reactivos necesarios:

- El tratamiento del residuo en la determinación de cloruros se realizará a partir de la precipitación estequiométrica del ion cromato a partir de una disolución de nitrato de plata
- En la determinación de índice de peróxidos se recuperará el cloroformo por destilación fraccionada y se realizará una neutralización ácido-base para el ácido acético.

Con las condiciones estudiadas para cada determinación, se entregará una guía de trabajo donde se describe paso a paso los procesos analizados.

## 2. MARCO TEÓRICO

### 2.1. Consideraciones legales.

Se reglamenta la prevención y manejo de los residuos o desechos peligrosos generados en el marco de la gestión integral, los niveles máximos permitidos para los residuos generados son:

**Tabla 2.** Concentraciones máximas según el decreto 4741. [3]

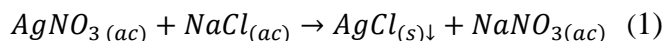
<b>Contaminante</b>	<b>Máximo permitido (ppm)</b>
Cromo	5.0
Plata	5.0
Cloroformo	6.0

## 2.2. Determinación de Cloruros (NTC 696).

Esta determinación ayuda a conocer el valor porcentual del ion cloruro en una muestra, se realiza a partir de una de las volumetrías de precipitación conocidas actualmente en la química analítica como la argentometría por el método de Mohr, donde precipita el analito (en este caso el ion cloruro) usando cromato de potasio al 5% masa-volumen como reactivo indicador y una disolución de nitrato de plata 0.01N como titulador.

Las muestras orgánicas se analizan a partir de sus restos calcinados a 550 °C, disolviendo estas en agua desmineralizada caliente, y pasando a través de un papel filtro; en el caso de sales o minerales se realiza directamente la dilución a una pequeña cantidad de muestra pesada. Luego de aforar a 100 mL, se toma una alícuota de 10 mL y se lleva a un vaso de precipitados de 100 mL, añadiendo 1 mL de cromato de potasio.

La valorización del punto de equivalencia se realiza a partir de cambio en el viraje de la solución, de color amarillo a anaranjado (en algunos casos es translúcido, pero generalmente se observa turbio). Esto se debe a la reacción del ion plata con el cloruro, formando el cloruro de plata antes de reaccionar este con el cromato de potasio [4]



Este análisis se realiza entre 65 y 80 muestras mensualmente, recolectándose aproximadamente 800 y 1300 mL de residuo. Se almacenan en frascos de vidrio apropiados con etiquetado parcial para su identificación.

### 2.2.1. Nitrato de plata

Es un reactivo muy utilizado en el campo de la química fácil de conseguir, puede ser de grado comercial o analítico. Este reactivo es considerado comburente, corrosivo y peligroso para el medio ambiente, provoca quemaduras que se exponen como manchas oscuras en la piel, las cuales pueden provocar efectos negativos a largo plazo. La enfermedad más común conocida por el exceso de plata en el organismo es la argiria, el cual genera una

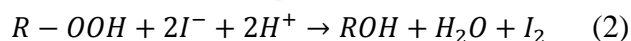
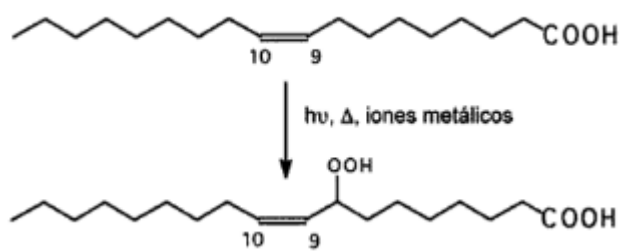
coloración gris metalizado en la piel, además de daños renales y neurológicos de carácter irreversible.

### 2.2.2. Cromato de potasio.

Es un sólido de color amarillo altamente oxidante, utilizado generalmente como indicador químico. Puede provocar reacción alérgica afectando de manera gradual en cuanto al tiempo de exposición, puede causar cáncer, y es considerado altamente tóxico para el medio ambiente; al ingresar al medio acuoso, este compuesto no se evaporará de forma significativa, ya que puede acumularse en los organismos presentes.

## 2.3. Determinación de índice de peróxidos (NTC 236)

Este método consiste en determinar la condición y calidad en los aceites para consumo. Debido a la exposición de estos con el medio, los dobles enlaces insaturados de un aceite se convierten en un hidroperóxido (R-OOH), estos representan una oxidación (rancidez) del aceite. Se emplea yoduro de potasio, para determinar la capacidad que tiene el aceite de liberar yodo molecular en solución, titulando con una solución patrón de tiosulfato de sodio.



**Figura 1.** Reacción de oxidación de una cadena insaturada. [5]

La muestra se calienta en un vaso de precipitados, de manera tal que se pueda conservar líquida; agregar 30 mL de una mezcla de ácido acético-cloroformo en proporción 3:2 (18 mL de ácido por 12 mL de cloroformo) y enseguida, agregar 0.5 mL de una solución de yoduro de potasio saturado; se tapa el vaso y se mantiene alejada de la luz durante 1 minuto exacto. Añadir inmediatamente 30 mL de agua desmineralizada y 0,5 mL de solución de almidón al

1%, asegurando que la muestra tomará una coloración oscura, titular la muestra con una solución patrón de tiosulfato de sodio al 0.01N hasta desaparición total de la coloración oscura. [6]

Los residuos de este método pueden variar con mayor facilidad en comparación a la determinación de cloruros, ya que este solo se realiza cuando ingresa aceite a la empresa, lo cual no es estadísticamente reproducible.

### **2.3.1. Ácido acético.**

Este compuesto es un ácido orgánico, considerado como ácido débil. Es un líquido incoloro, con un olor característico picante y muy volátil, altamente inflamable y corrosivo, no representa mayor peligro a altas exposiciones. Es utilizado para análisis químicos, investigación y consumo comercial como en el caso del vinagre. Un reactivo fácil de controlar.

### **2.3.2. Cloroformo.**

Es un compuesto orgánico apolar, utilizado para síntesis y análisis de laboratorio; líquido incoloro volátil no inflamable, de olor dulce y penetrante, Puede ser nocivo para la salud, provoca irritación leve en la piel y peligroso para el organismo en exposiciones prolongadas o repetidas, sospechoso de producir cáncer.

### **2.4. Consideraciones de almacenamiento.**

Cada compuesto es considerado residuo, por lo cual es necesario manejar un control sobre los residuos no eliminados por el alcantarillado. Entre los cuales se encuentran. [7]

- Identificación de la(s) sustancia(s) presentes.
- Identificación de los peligros generales.
- Primeros auxilios en caso de accidente.
- Manipulación y almacenamiento.
- Medidas de protección personal.
- Propiedades fisicoquímicas.
- Información toxicológica, ecológica y de reactividad.
- Consideraciones sobre eliminación.

Luego de identificar las variables en cuanto a las condiciones de los residuos, se realiza un procedimiento parcial para iniciar el almacenamiento bajo las siguientes condiciones de laboratorio.

- Uso de frascos de vidrio ámbar; si es usado, previamente lavado, limpio y purgado con etanol puro.
- Etiquetado de los frascos, incluyendo nombre del análisis de procedencia, analito de interés, otros compuestos presentes y método recomendado a aplicar.
- Almacenar en un lugar seguro, aislado de la luz, el calor y otros reactivos que puedan reaccionar con estos.

### **2.5. Formato de archivos guía.**

La implementación para los tratamientos de residuos de la determinación de cloruros y peróxidos a sugerir será realizada a partir de un archivo en medio físico y digital para cada determinación; los cuales contendrán lo siguiente:

- Objetivo del tratamiento.
- Principio del tratamiento, procedencia e información teórica de procedimiento.
- Equipos y reactivos necesarios.
- Procedimiento.
- Anexos.
- Documentos de referencia.

Se envía al Sistema de Gestión para la Calidad de la compañía en la sede Bello (Antioquia), para realizar su respectiva codificación interna y validación de la empresa.

## **3. METODOLOGÍA Y PROCEDIMIENTO**

### **3.1. Almacenamiento de muestras inicial.**

Siguiendo las condiciones básicas para almacenamiento de residuos, se recuperan inicialmente 2 frascos de vidrio ámbar, previamente lavados con jabón, enjuagado en agua destilada y secado a temperatura ambiente; se purga con etanol puro y se deja secar nuevamente. Se etiqueta

temporalmente para diferenciar los residuos con sus determinaciones de procedencia.

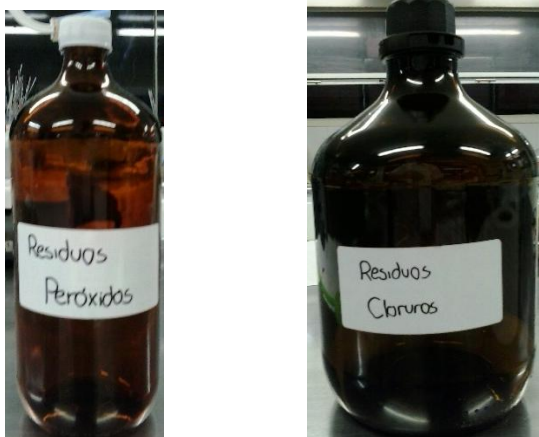
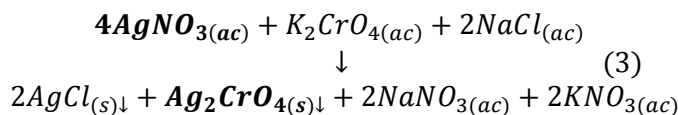


Figura 2. Frascos destinados para almacenamiento de residuos.

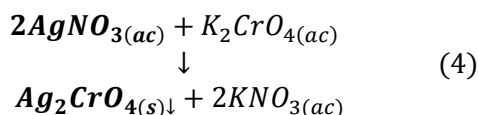
### 3.2. Control de residuos para determinación de Cloruros.

#### 3.2.1. Fundamento teórico.

Como se menciona anteriormente, se selecciona el analito de interés en la determinación de cloruros, en este caso será el cromato de potasio. Se escribe la reacción global de la determinación de cloruros.



Al ejecutar la determinación de cloruros, este ion precipitará y, por lo tanto, la titulación restante será como cromato de plata; por lo tanto, la reacción global se reducirá a la siguiente.



La empresa CIPA S.A Cuenta con la disposición de nitrato de plata de concentración 0.01 N para el análisis, y a su vez, disponen de nitrato de plata de concentración 0.1 N para aplicar en el tratamiento. Conociendo la proporción molar de cada compuesto en la reacción, de manera estequiométrica se puede predecir la cantidad de nitrato de plata 0.1N equivalente a la cantidad de cromato de potasio al 5% utilizado.

$$\begin{aligned}
 &v K_2CrO_4(mL) * 0.05 * \frac{K_2CrO_4}{194.19 g} * \frac{2AgNO_3}{K_2CrO_4} * \frac{L}{0.1 mol} \\
 &* \frac{1000 mL}{1L} = v AgNO_3(mL)
 \end{aligned} \quad (5)$$

Teóricamente, si se ejecuta este procedimiento, se generará un equilibrio químico, por lo cual los iones plata y cromato serán precipitados. Simplificando la ecuación, se obtiene la siguiente fórmula:

$$v AgNO_3(mL) = \frac{v K_2CrO_4(mL) * 100}{19.419} \quad (6)$$

#### 3.2.2. Aplicación del método.

Se recolecta la primera cantidad de residuo obtenido de la determinación de cloruros.



Figura 3. Recolección del residuo en determinación de cloruros.

Al recolectar el residuo, se toman las siguientes consideraciones, sus ventajas y contras en cuanto a la aplicación del procedimiento.

- Evaporación de la solución: Puede ser eficaz para el tratamiento posteriormente, sin embargo, durante la ebullición se generan vapores del cromato de potasio, además del excesito consumo de tiempo y energía que se requiere para la ebullición. Se omite esta consideración.
- Tratamiento de residuos en vaso de precipitados: Visualmente, se puede observar el cambio de color en la solución, y la precipitación del cromato de plata; la dificultad con el cromato de plata precipitado reside en la alta adhesión a la estructura cristalina del vidrio, lo que hace de este un

sólido difícil de eliminar. Se omite esta consideración.

- Filtración del líquido: para recuperar el sólido, la mejor técnica que se dispone es la filtración por gravedad, sin embargo, la cantidad de solución por filtrar es generalmente superior a 1000 mL por análisis; en la solución se presentan sólidos suspendidos, por lo tanto, no es viable una decantación del líquido. Se realizará esta consideración, de tal manera que la filtración del líquido no requiera tanto esfuerzo del analista a realizar el tratamiento.

Para este caso, se recolecta una muestra la cual se realizaron 20 veces la determinación de cloruros, es decir, existen 20 mL de cromato de potasio al 5%; Se aplica la ecuación (6) para determinar la cantidad de nitrato de plata por adicionar.

$$v_{AgNO_3}(mL) = \frac{20\text{ mL} * 100}{19.419} = 102.99 \cong 103\text{ mL}$$

Se agrega la cantidad calculada de cromato de plata utilizando una probeta y/o pipeta a la muestra residual, esta toma un color rojo intenso y se observa la formación de los sólidos.



**Figura 4.** Reacción de precipitación del cromato de plata.

Con los sólidos suspendidos se inicia la filtración del líquido, realizando el montaje de filtración por gravedad. Luego de eliminar bastante cantidad de líquido, se filtra el precipitado faltante (el cual toma mayor tiempo para completar la filtración). Al finalizar, se lleva a 110°C en estufa aproximadamente 60 a 90 minutos. El precipitado se almacena en frascos plásticos limpios, mientras que el papel filtro utilizado se guarda en frasco hermético para posterior control residual.



**Figura 5.** Filtración y recolección del precipitado.

Dentro de los residuos, se encuentra precipitado tanto el cromato de plata como el cloruro de plata, proveniente de la determinación, lo cual lo hace un residuo altamente impuro, y su porcentaje de recuperación no es cuantitativamente reproducible, sin embargo, se asegura la recuperación total del ion cromato de forma cualitativa debido a la transparencia obtenida de la solución filtrada.

### 3.2.3. Disposición final del residuo.

La empresa CIPA S.A cuenta con un convenio con la empresa recolectora de desechos especiales RH S.A.S, quienes disponen mensualmente de los residuos microbiológicos, frascos de plaguicidas y líquidos lixiviados generados en la compañía; sin embargo, no realizan actualmente recolección de sustancias químicas.

Se debe tener en cuenta que el cromato de plata generado es mucho más tóxico que el compuesto inicial, por lo que está completamente prohibido desechar estos residuos por el alcantarillado o enviar a descarte con la empresa recolectora de basura regular.

Para este caso, se dispone del decreto 4741 de 2005, donde se codifican los diversos desechos, el cromato de plata, se dispone del código “Y21“, considerado como compuestos de cromo hexavalente [8].

Posteriormente se completa la información utilizando el formato de la empresa RH S.A.S, para evaluar la recolección del residuo. La cantidad recuperada de cromato de plata es significativamente baja de acuerdo a las condiciones de la compañía para una recolección mensual, por lo tanto, se realizan las siguientes especificaciones:



- Recolección del residuo de carácter anual, por ser considerado pequeño generador, se puede recibir con un plazo máximo de 2 años [9].
- El(los) frasco(s) serán destinados para una celda de contención, mientras que el papel filtro recolectado será destinado para incineración.

### 3.2.4. Presentación del archivo "Tratamiento de residuos: Determinación de Cloruros".

Recolectando toda la información disponible para la realización de este método en la compañía CIPA S.A, se realiza el archivo guía, con el cual se especifica paso a paso los procedimientos a seguir.

El archivo dentro de este documento se encuentra más adelante como "Anexo I. Tratamiento de residuos: Determinación de cloruros"

### 3.3. Control de Residuos para determinación de peróxidos.

#### 3.3.1. Observaciones iniciales.

El residuo recolectado de la determinación del índice de peróxidos se encuentra en un sistema de dos fases líquido-líquido, el cual se constituye por:

- Fase acuosa: Es la fase en mayor proporción del residuo total, donde se presume la mayor cantidad de ácido acético, luego de la adición de agua en el procedimiento mencionado anteriormente, también existirá el exceso de yoduro de potasio añadido, almidón y tiosulfato de sodio.
- Fase orgánica: En esta se encuentra principalmente el cloroformo utilizado para disolver la muestra de aceite, y un exceso ligero de ácido acético, por lo que el pH de esta fase se encuentra por debajo de 4.00 (muy ácido), la cantidad que se recolecta es menor a la fase acuosa.

Como se mencionó anteriormente en este documento, este tratamiento se divide en dos partes:

La recuperación de cloroformo por destilación fraccionada y la neutralización ácido-base del ácido acético. Ya que solo se cuenta con un frasco donde se recolecta todo, es necesario recurrir a dos frascos más, el primero será destinado a la fase orgánica, mientras que el segundo será para la fase acuosa. Se realizan unos etiquetados temporales para identificarlos.



**Figura 6.** Frascos destinados para recolección de fases. Fase acuosa (Izquierda), fase orgánica (Derecha).

#### 3.3.2. Equipos.

La principal dificultad para ejecutar este procedimiento en la empresa se debe a la falta de equipo por parte de la empresa, por lo que se recurre a trabajar con material solicitado a la escuela de Química de la Universidad.

**Tabla 3.** Material requerido para el procedimiento.

Material	Cantidad
Equipo de destilación fraccionada 250 mL	1
Embudo de separación 250 mL	2
Pinzas	3
Nuez	2
Erlenmeyer 500 mL	1
Cristalizador	1
Aro metálico	2

Se realiza la cotización de material solicitado para realizar el método, modificando accesorios del montaje sin afectar el procedimiento.

**Tabla 4.** Valor presupuestado para equipo faltante.

Material	Cantidad	Costo
Equipo de destilación fraccionada 500 mL**	1	\$ 810.390
Embudo de separación 500 mL	1	\$ 235.620
Pinzas sin nuez	3	\$ 99.960
Nuez	3	\$ 124.950
Aro metálico con nuez	2	\$ 54740
<b>TOTAL</b>		<b>\$1.325.660</b>

\*\* El equipo de destilación fraccionada fue solicitado a pedido con conexiones en esmerilado, y un embudo de separación acoplado al montaje. [10]

La diferencia entre el montaje de destilación utilizado actualmente, al montaje solicitado se debe a las conexiones de caucho, ya que estas no son eficaces en cuanto a la hermeticidad del sistema, lo que puede representar fugas de vapor, pérdida de destilado y en un mayor peligro, una fragmentación o destrucción del equipo.

La compañía cuenta con dos equipos útiles para la implementación del método; el primero es una plancha térmica con ajuste de temperatura, y el segundo es un sistema recirculador de agua, el cual será utilizado para refrigerar durante la destilación.

### 3.3.3. Separación de fases.

Se realiza un montaje utilizando un embudo de separación, agregar el residuo al embudo evitando derrames. Inicialmente solo se observará la primera fase, la cual será la fase acuosa, poco a poco se observará la fase orgánica próxima a separar. Durante todo este proceso, intercambiar entre frascos para una separación efectiva.



**Figura 7.** Montaje y observación de la fase acuosa y orgánica.

En la **figura 7** se puede observar la coloración oscura de la fase acuosa, producida principalmente por el contenido de yodo en el residuo (visible gracias al contenido de almidón). Esto solo dificultará observar la separación de fases, sin embargo, no se tendrá en cuenta para el tratamiento objetivo.

### 3.3.4. Destilación de la fase orgánica: procedimiento.

Luego de separar las fases, la fase orgánica será destinada para la obtención de cloroformo a partir de una destilación fraccionada, la cual permitirá una mejor separación de residuos contaminantes o sustancias indeseables en el recolectado.

Inicialmente todo el procedimiento debe realizarse con los elementos de protección personal, esto incluye guantes, gafas de seguridad y una máscara de filtro, realizando el montaje bajo campana con el extractor inicialmente encendido. Luego de adecuar el montaje, agregar cuatro (4) perlas de ebullición e iniciar el calentamiento de la plancha.





**Figura 8.** Montaje de destilación fraccionada.

Luego de iniciar el calentamiento, se verifica el flujo y la temperatura del agua en el sistema recirculador; por lo que cada momento es necesario adicionar e intercambiar pilas térmicas para el enfriamiento adecuado del agua.

El tiempo de ejecución del sistema puede variar de acuerdo a la cantidad de residuo por destilar, el ajuste de temperatura no puede ser mayor al punto de ebullición del cloroformo (61.2 °C), de lo contrario presentará en el destilado por recolectar una segunda fase nuevamente, que al papel indicador es de carácter ácido, por lo que se presume, existen cantidades bajas de ácido en la fase orgánica.

Luego de finalizado la destilación (esta se dará cuando la temperatura del sistema baje, mientras no se ajuste desde la plancha de calentamiento), se retira el montaje del calor y se almacena el residuo en un frasco limpio, destinado solo para cloroformo destilado, en caso de una separación de fases, se recomienda pasar a temperatura baja por un embudo de separación, antes de almacenar.

### 3.3.5. Resultados de la destilación

Esta destilación se realizó dos veces durante la práctica empresarial, es decir, por lo cual se ajusta este procedimiento para realizar de manera bimensual. Al obtener el destilado, con este valor se calcula el porcentaje de recuperación:

$$\% \text{Recuperación: } \frac{V_{\text{recolectado}}}{V_{\text{inicial}}} * 100$$

Durante la primera mitad de la práctica (enero-marzo), se recolecta un total de 25 muestras realizadas, lo que equivale a 300mL de cloroformo utilizado; la destilación requiere de separación de las fases en frío, el cloroformo recuperado fue de 190 mL.

La segunda mitad (abril y mayo) se recolectan un total de 37 muestras, equivalentes a 444 mL de cloroformo utilizado en la determinación, y luego de realizar la destilación, se recuperan 208 mL de cloroformo.

**Tabla 5.** Resultados experimentales de recuperación de cloroformo.

Prueba	V <sub>CHCl<sub>3</sub></sub> utilizado	V <sub>CHCl<sub>3</sub></sub> recuperado	% Recuperación
1	300	190	63.33
2	444	218	49.10

Las condiciones de trabajo en la prueba 1 son más reproducibles en comparación a la segunda prueba, ya que esta se necesita realizar en dos partes debido a la gran cantidad de residuo recolectado, esto representa pérdidas de vapor por el continuo movimiento del montaje y una mala adecuación del método.

Los porcentajes de recuperación son muy diferentes entre sí, sin embargo, se obtiene una gran cantidad de cloroformo en ambos análisis. Ya que se presenta una separación de fases, se teme que el cloroformo recuperado se encuentre con trazas de ácido acético, por lo que es necesario realizar análisis físicos al reactivo, entre los cuales se realizan: Punto de ebullición, densidad e índice de refracción

Se realizan pruebas por triplicado a la muestra recolectada en un frasco ámbar nuevo.

**Tabla 6.** Valores experimentales del recuperado.

Análisis Muestra	P.Ebullición (°C)	Densidad (g/mL)	Ind. Refracción
A	60.9	1.468	1.4420
B	60.4	1.453	1.4425
C	60.6	1.458	1.4420

En comparación a los valores teóricos, el índice de refracción del cloroformo es 1.4476; la densidad es 1.487 g/mL y su punto de ebullición es de 62°C. Con los valores obtenidos se realiza el porcentaje de error en el método. [11]

**Tabla 7.** Resultados de análisis físicos.

Análisis	Media experimental	% Error
P. Ebullición (°C)	60.63	2.20
Densidad (g/mL)	1.460	1.82
Ind. Refracción	1.4422	0.37

Como último recurso, se realiza la determinación del índice de peróxidos utilizando el cloroformo recuperado para la mezcla ácido acético cloroformo 3:2. Se realizan a muestras de aceite almacenadas. Se presentan los dos resultados más aproximados al método con el reactivo preparado.

**Tabla 8.** Prueba de índice de peróxidos sobre algunos líquidos.

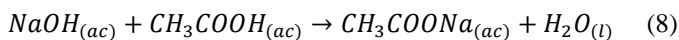
Muestra	Ind. Peróxido: CHCl <sub>3</sub> destilado	Ind. Peróxido: CHCl <sub>3</sub> reactivo	% Error
Ac. Pescado	4.21	4.34	2.99
Sebo de res	3.90	3.87	0.78

### 3.3.6. Neutralización de la fase acuosa.

El volumen de fase acuosa que se recolecta es aproximadamente dos veces mayor al volumen recolectado en la fase orgánica. Teóricamente en el proceso, se requieren 18 mL de ácido acético y 30 mL de agua desmineralizada, se predice el porcentaje de ácido acético en la mezcla.

$$\%Ac. Acét = \frac{18 \text{ mL} * 1.05 \frac{g}{mL}}{30 \text{ g} * (18 * 1.05)} * 100 = 38.65\% \quad (7)$$

La propuesta más favorable para la empresa es la implementación de hidróxido de sodio comercial (soda caustica) para la neutralización del ácido, formando una mezcla a pH 7.00 de agua con la formación de la sal acetato de sodio.



Ya que el ácido acético es considerado un ácido débil, no es fácil predecir la cantidad apropiada de hidróxido para su neutralización, debido a la baja capacidad de disociación de iones del ácido, no se realiza efectivamente una neutralización 1:1 en hidróxido de sodio. Realizar una solución de hidróxido de sodio equivalente al porcentaje del ácido acético (38.65%), requiere más de 300g de hidróxido comercial por litro, el cual es muy peligroso y difícil para su disolución en agua. Se recomienda realizar una dilución de 1000 mL de hidróxido de sodio, para este caso al 5M (20%).

$$m NaOH = 5 \frac{mol}{L} * 1 L * 40 \frac{g}{mol} = 200g NaOH \quad (9)$$

### 3.3.7. Resultados de la neutralización.

Se realiza una neutralización de 300 mL de fase acuosa, adicionando poco a poco hidróxido de sodio 5M, se realiza una valoración estadística a partir de este resultado.

**Tabla 9.** Resultado experimental de neutralización ácido-base.

V NaOH añadido (mL)	pH
0	3.25
100	4.41
200	5.05
300	5.61
330	5.85
360	6.19
<b>390</b>	<b>7.35</b>

Al obtener el pH adecuado, se decide por desechar por el acueducto. Con el valor analizado, se realizan posteriores pruebas, en este caso aumentando hasta 400 mL la fase acuosa, lo cual requiere más solución hidróxido para neutralizar.

**Tabla 10.** Resultados de pH sobre muestras de fase acuosa.

Muestra acuosa	V NaOH total (mL)	pH
A	425	5.90
B	450	10.25
C	435	6.89

### 3.3.8. Presentación del archivo “Tratamiento de residuos: Determinación de peróxidos”.

Al igual que la determinación de cloruros, se realiza el archivo guía, con el cual se especifica paso a paso los procedimientos a seguir.

El archivo dentro de este documento se encuentra más adelante como “Anexo II. Tratamiento de residuos: Determinación de peróxidos”.

### 3.4. Etiquetado final de frascos residuales.

Antes de realizar el etiquetado apropiado de los frascos designados para los residuos, se debía conocer la cantidad de frascos y lo que serían destinados a contener. Se utilizan para este proyecto, 4 frascos residuales los cuales son:

- Frasco de residuos: Cloruros.
- Frasco de residuos: Peróxidos.
  - Frasco de residuos: Fase orgánica.
  - Frasco de residuos: Fase acuosa.

CONTROL DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE...	
<b>Analito de interés:</b>	Nombre
<b>Otros compuestos presentes:</b>	Nombre (s)
<b>Tratamiento de residuo con:</b>	Procedimiento
<b>Observaciones:</b>	Información teórica de acuerdo al residuo
Pictogramas de seguridad Y equipo de protección.	

Figura 9. Formato de etiquetado para frascos.

De esta manera se formaliza el etiquetado de los frascos residuales de acuerdo a su contenido, el método a tratar y los pictogramas de acuerdo al sistema globalmente armonizado.



Figura 10. Etiquetado final de frascos.

El archivo de etiquetado se encuentra más adelante como “Anexo III. Etiquetado de frascos para tratamiento de residuos”.

## 4. CONCLUSIONES


- El control residual en el laboratorio bromatológico de la compañía CIPA S.A es posible bajo las condiciones especificadas, favoreciendo al aporte con el medio ambiente, control de contaminantes y generando nuevas opciones de reutilización de reactivos.
- La técnica de precipitación para el ion cromato en la determinación de cloruros es eficiente, esto asegura que el analito no será desechado, y a su vez no ingresará un ion de igual o mayor peligro para el organismo acuático. Se ejecuta este procedimiento de manera inmediata en el laboratorio, ya que es considerado un método reproducible con los materiales y reactivos disponibles por la compañía CIPA S.A
- El residuo de cromo hexavalente precipitado es adecuado satisfactoriamente para la empresa RH S.A.S, asegurando el control efectivo del contaminante.
- El método propuesto para el tratamiento de residuos del índice de peróxidos es satisfactorio, ya que cumple con una alta recuperación de cloroformo y la

neutralización efectiva del ácido acético; sin embargo, gran parte de este procedimiento requiere de materiales no disponibles en la empresa, por lo que se genera la solicitud del equipo más importante, para así lograr la ejecución del método y contribuir a la reutilización de reactivos para análisis.

- Los parámetros de pureza en el cloroformo recuperado se encuentran con un porcentaje de error por debajo del 5%. En la aplicación, su valor se acerca considerablemente al valor obtenido por el reactivo puro, lo cual hace que este sea aceptable para su empleo nuevamente en la determinación del índice de peróxidos.

## 5. REFERENCIAS

- [1] D. M. Ramírez and J. P. Arrubla, "Implementación de un método de determinación de fibra cruda en materias primas y producto terminado en alimentos para animales en CIPA S.A," Universidad Tecnológica de Pereira, 2016.
- [2] E. Mencías and L. M. Mayero, "Toxicocinética y Toxicodinámica," en *Manual de toxicología básica*, 1st ed., Madrid, España, 2000, p. 631.
- [3] Congreso de Colombia. (30 de diciembre de 2005). Tabla 3. Concentraciones máximas de contaminantes para para la prueba TCLP [Decreto 4741 de 2005]. DO: 46.137
- [4] INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Sal, métodos de ensayo: Determinación de cloruro de sodio. Bogotá: ICONTEC, 2011. 1h: il. (NTC 696)
- [5] C. H. Herrera, N. Bolaños, and G. Lutz, "Evaluación físico-química de aceites y grasas.," en *Química de alimentos, manual de laboratorio*, Costa Rica: Editorial de la Universidad de Costa Rica, 2003, p. 29
- [6] INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Gasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de peróxido. Bogotá: ICONTEC, 2011. 2e: il. (NTC 236)
- [7] F. Sanz and Instituto Nacional de Seguridad e Higiene en el Trabajo, "Peligrosidad del almacenamiento," en *Almacenamiento de Productos químicos*, España., 2014, p. 8.
- [8] Congreso de Colombia. (30 de diciembre de 2005). Anexo I. Lista de Residuos o desechos peligrosos por procesos o actividades [Decreto 4741 de 2005]. DO: 46.137
- [9] Congreso de Colombia. (30 de diciembre de 2005). Artículo 27. Del registro de generadores [Decreto 4741 de 2005]. DO: 46.137
- [10] Velasco, W. Equipo de destilación fraccionada presonalizado. citado: 10 de abril de 2017. Walter Velasco SAS. Recuperado: [www.waltervelasco.com](http://www.waltervelasco.com)
- [11] Castro, F. "Lista de posibles sustancias para identificar", en *Manual de prácticas de laboratorio, análisis instrumental I*. 4ta ed., Colombia, 2014, p. 35

	<b>ANEXO I</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE CLORUROS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN: 01</b>
		<b>FECHA: 07/06/2017</b>

## 1. OBJETIVO

Establecer el método para realizar el tratamiento de residuos generados en el laboratorio en la determinación de cloruros.

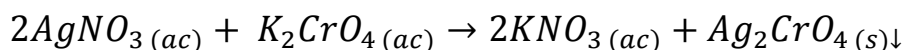
Responsable: Analista de Calidad

## 2. PRINCIPIO

Consiste en la precipitación del cromato de potasio por argentometría, es decir, la utilización del nitrato de plata como agente precipitante; reduciendo el impacto ambiental generado por el cromo hexavalente.


El tratamiento se realiza a partir de los residuos recolectados en la determinación de cloruros según la NTC 696, los cuales se deben almacenar en un frasco de vidrio ámbar apropiado. Los residuos están compuestos de trazas precipitadas de la sal Nitrato de Plata, y la solución remanente de Cromato de Potasio. Este tratamiento se debe realizar ya sea cada vez que haga la determinación, o a partir de un control mensual.

La adición de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ) a partir de un equilibrio químico, o un ligero exceso, permite la precipitación del cromo hexavalente, esto nos permite controlar su ingreso al ducto acuático; esta solución formada será completamente rojiza, la cual indica la precipitación del ion cromato, conocido como cromato de plata.



El cromato de plata es una sustancia química utilizada principalmente para síntesis; su fórmula molecular es  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ , lo cual indica que es parte de la familia del cromo hexavalente.




Elaboró	Revisó	Aprobó
<b>Cargo:</b> Practicante Aux. Calidad	<b>Cargo:</b> Analista del SGC	<b>Cargo:</b> Director Nacional de Calidad y SGC
<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017

	<b>ANEXO I</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE CLORUROS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN: 01</b>
		<b>FECHA: 07/06/2017</b>

**Tabla 1.** Propiedades fisicoquímicas del cromato de plata.

Peso molecular	331.73 g/mol
Densidad	5.625 g/ml
Solubilidad en agua	Insoluble
Reactivo con...	Alcoholes y ácidos fuertes
Punto de Fusión/Ebullición	No determinado.

**Tabla 2.** Pictogramas de seguridad SAM para el cromato de plata

	H410 - Muy Tóxico para organismos acuáticos, con efectos nocivos duraderos.
	H317 – Puede provocar reacciones alérgicas en la piel.
	H350i – Puede provocar cáncer por inhalación.

### 3. EQUIPOS Y REACTIVOS

Aro metálico

Embudo cuello largo

Vaso de precipitados 100 ml

Erlenmeyer 500 ml

Papel filtro

Estufa

Desecador

Balanza analítica


Frasco de residuos

Nitrato de plata 0.01N - 0.1N

Hidróxido de sodio 0.1N

Elaboró	Revisó	Aprobó
<b>Cargo:</b> Practicante Aux. Calidad	<b>Cargo:</b> Analista del SGC	<b>Cargo:</b> Director Nacional de Calidad y SGC
<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017



	<b>ANEXO I</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA</b> <b>CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN</b> <b>DE CLORUROS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN:</b> 01
		<b>FECHA:</b> 07/06/2017

Estufa

pH – metro

#### 4. PROCEDIMIENTO

##### 4.1 Adición de la solución nitrato de Plata 0.1N:

Realizar el procedimiento directamente en el frasco de residuos. Para adecuar el uso de la solución nitrato de plata 0.1N requerido para tratar el cromato de potasio, se debe tener un conteo adecuado de la cantidad del mismo en solución. Siguiendo el archivo anexo, debe sumar el número de determinaciones totales realizadas, luego se realiza el siguiente cálculo:

$$V_{AgNO_3 \text{ 0.1N}} (mL) = \frac{\#_{determinaciones} * 0.05 * 2 * 1000}{194.19 * 0.1} \text{ ó } \frac{\#_{determinaciones} * 100}{19.419}$$


Donde el número de determinaciones es igual al volumen de cromato de potasio en mililitros.

Adicionar la solución de nitrato de plata al residuo, dejar sedimentar el precipitado dentro del frasco residual por 2 horas. Extraer un poco de la solución remanente en un vaso de precipitados de 100 ml y observar su coloración; si la solución se encuentra con coloración amarilla, añadir un ligero exceso de nitrato de plata 0.01N por las paredes del vaso; si la solución continúa tornándose rojiza, significa que requiere una leve cantidad de solución adicional.

##### 4.2 Filtración del cromato sedimentado:

Debido a que se recolectan de 800 a 1000 mL de solución a partir de este punto, el cromato de plata precipita hacia el fondo del vaso, sin embargo, aún se encontrarán sólidos en suspensión. Preparar un montaje de filtración utilizando un embudo de vidrio con un papel filtro, utilizando un erlenmeyer de 500 mL donde se recibirá el filtrado. Iniciar la filtración de la

Elaboró	Revisó	Aprobó
Cargo: Practicante Aux. Calidad	Cargo: Analista del SGC	Cargo: Director Nacional de Calidad y SGC
Fecha: 07 junio 2017	Fecha: 07 junio 2017	Fecha: 07 junio 2017

	<b>ANEXO I</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE CLORUROS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN:</b> 01
		<b>FECHA:</b> 07/06/2017

solución. Cuando se hayan recolectado los primeros 500 mL de solución filtrada, cambiar de Erlenmeyer, continuar la filtración agitando la solución para dispersar el precipitado, e inmediatamente agregar al papel filtro.

**NOTA:** una parte del cromato de plata se adhiere al frasco, por lo cual no se permite desprender fácilmente; se recomienda seguir utilizando dicho frasco para almacenar el residuo para la determinación.

#### **4.3 Neutralización de la solución y secado del precipitado:**

Luego de asegurarse de haber filtrado todo el precipitado posible, llevar el líquido remanente al pH-metro y medir el pH.

Si el pH es menor a 6 neutralizar el líquido con una solución de hidróxido de sodio 0.1N, de tal manera que se encuentre en un pH igual a 7; en caso de no disponer del pH-metro utilizar indicador de fenolftaleína.

El precipitado recolectado en el papel filtro, dejarlo en el embudo y colocar cuidadosamente en una estufa a 110°C por una hora; si aún se observa húmedo el sólido y no se incinera el papel, continuar el secado en la estufa y observar cada 10 minutos.

Llevar el papel filtro en el embudo con cuidado hasta un desecador y dejar enfriar hasta el día siguiente.

#### **4.4 Recolección del cromato de plata precipitado:**


Retirar el papel filtro del embudo, abrir con sumo cuidado y guardar el precipitado en un frasco hermético; asegurando la mayor cantidad de precipitado posible. El papel filtro utilizado debe guardarse en una bolsa roja y almacenar para disposición especial.

#### **4.5 Retención y envío de cromato de plata como residuo:**

Este procedimiento se debe hacer anualmente, ya que la cantidad de cromato precipitado no es suficientemente grande para enviar cada que se realiza en tratamiento.

Rotular adecuadamente los frascos con el cromato precipitado y la bolsa que contiene los

<b>Elaboró</b>	<b>Revisó</b>	<b>Aprobó</b>
<b>Cargo:</b> Practicante Aux. Calidad	<b>Cargo:</b> Analista del SGC	<b>Cargo:</b> Director Nacional de Calidad y SGC
<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017

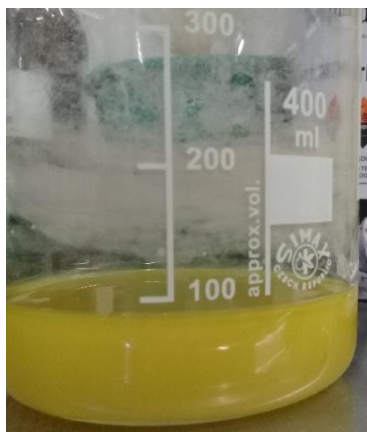
	<b>ANEXO I</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE CLORUROS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN:</b> 01
		<b>FECHA:</b> 07/06/2017

papeles filtros, lo cual debe contener la siguiente información.

**Tabla 3.** Indicaciones de rotulación del cromato de plata.

<b>Nombre de residuo</b>	Cromato de Plata
<b>Código CAS</b>	7440-47-3
<b>Pureza</b>	Impura
<b>Otros residuos presentes</b>	Cloruro de plata precipitado
<b>Código RESPEL</b>	Y21 (Compuesto de cromo hexavalente).
<b>Apariencia</b>	Rojo oscuro
<b>Estado</b>	Sólido
<b>Presentación</b>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Frasco plástico</li> <li>- Adherido en papel filtro</li> </ul>

## 5. ANEXOS




**Anexo 5.1.** Solución cromato de potasio



**Anexo 5.2.** Adición de nitrato de plata 0.1N

Elaboró	Revisó	Aprobó
Cargo: Practicante Aux. Calidad	Cargo: Analista del SGC	Cargo: Director Nacional de Calidad y SGC
Fecha: 07 junio 2017	Fecha: 07 junio 2017	Fecha: 07 junio 2017

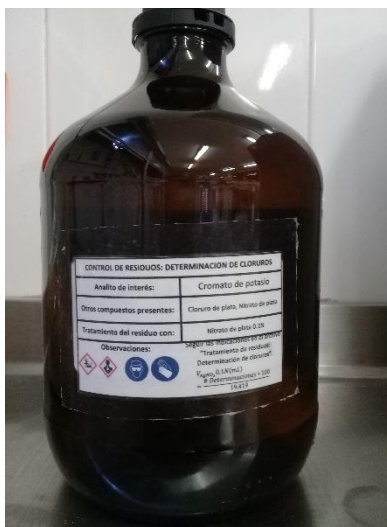
	<b>ANEXO I</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE CLORUROS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN: 01</b>
		<b>FECHA: 07/06/2017</b>



**Anexo 5.3. Filtración del precipitado**




**Anexo 5.4. Recolección de precipitado**



**Anexo 5.5. Frasco de residuos cloruros.**

Elaboró	Revisó	Aprobó
<b>Cargo:</b> Practicante Aux. Calidad	<b>Cargo:</b> Analista del SGC	<b>Cargo:</b> Director Nacional de Calidad y SGC
<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017

	<b>ANEXO I</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA</b> <b>CALIDAD</b>  <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN</b> <b>DE CLORUROS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN:</b> 01
		<b>FECHA:</b> 07/06/2017

## 6. DOCUMENTOS DE REFERENCIA


Determinación de cloruros (NTC 696). Código CM-AC-P-020.

Formato captura para análisis fisicoquímicos. Código CM-AC-F-108

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Sal, métodos de ensayo: Determinación de cloruro de sodio. Bogotá: ICONTEC, 2011. 1h: il. (NTC 696)

Congreso de Colombia. (9 de enero de 1996). Anexo I. Aprobación del convenio de Basilea sobre el control de los movimientos transfronterizos de los desechos peligrosos y su eliminación [Ley 253 de 1996]. DO: 42.688

Elaboró	Revisó	Aprobó
<b>Cargo:</b> Practicante Aux. Calidad	<b>Cargo:</b> Analista del SGC	<b>Cargo:</b> Director Nacional de Calidad y SGC
<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017

	<b>ANEXO II</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE PEROXIDOS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN:</b> 01
		<b>FECHA:</b> 07/06/2017

## 1. OBJETIVO

Establecer el método para realizar el tratamiento de residuos generados en la determinación de peróxidos.

Consiste en dos partes, la neutralización ácido-base de una solución acuosa con alto nivel de acidez, y la recuperación de cloroformo a partir de un proceso de destilación.

Responsable: Analista de Calidad

## 2. PRINCIPIO

El tratamiento se realiza a partir de los residuos generados en la determinación de peróxidos (NTC 236) en grasas y aceites de origen animal y vegetal y recolectados en frasco ámbar. Estos residuos están compuestos por una mezcla de ácido acético, cloroformo, yodo precipitado, tiosulfato de sodio y grasas y aceites. Este residuo se encuentra separado por dos fases, una fase acuosa donde se encuentra la mayor parte de ácido acético y una fase orgánica donde se encuentra la mayor parte del cloroformo.


El ácido acético y el cloroformo son los analitos de interés en este tratamiento; la proporción de consumo de estos dos reactivos por cada prueba es de 18 y 12 ml respectivamente, los cuales son desechados directamente al ducto acuático. Por cada 500 ml de residuo en fase orgánica, se recolecta aproximadamente 1500 ml de fase acuosa.

Para el tratamiento del ácido acético, se realiza la neutralización con una base fuerte como el hidróxido de sodio, para aproximar su pH a 7 y de esta forma garantizar su desecho de forma segura al ducto acuático. En cuanto a la fase orgánica, se realiza la recuperación de cloroformo a partir de una destilación fraccionada recuperando la mayor cantidad posible de este reactivo para su reutilización en la determinación de peróxidos.

El cloroformo es un reactivo polar; líquido incoloro de alta volatilidad y olor penetrante, utilizado principalmente para análisis químicos, su fórmula molecular es  $\text{CHCl}_3$ .

Elaboró	Revisó	Aprobó
<b>Cargo:</b> Practicante Aux. Calidad	<b>Cargo:</b> Analista del SGC	<b>Cargo:</b> Director Nacional de Calidad y SGC
<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017





	<b>ANEXO II</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE PEROXIDOS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN:</b> 01
		<b>FECHA:</b> 07/06/2017

**Tabla 1.** Propiedades fisicoquímicas del cloroformo

Peso molecular	119.39 g/mol
Densidad	1.484 g/ml
Solubilidad en agua	Insoluble
Punto de Fusión/Ebullición	62 °C

**Tabla 2.** Pictogramas de seguridad SAM para el cloroformo.

	H302, 331– Nocivo en caso de ingestión e inhalación
	H350 – Puede provocar cáncer por inhalación.

### 3. EQUIPOS Y REACTIVOS

Embudo de separación

Equipo de destilación fraccionada:

Balón de destilación

columna Vigreux

termómetro

Erlenmeyer 500 ml

Plancha de calentamiento

Frasco de residuos

Hidróxido de sodio comercial

Papel indicador


Sistema recirculador de agua

condensador, codo.

pH-metro

Cristalizador

Elaboró	Revisó	Aprobó
<b>Cargo:</b> Practicante Aux. Calidad	<b>Cargo:</b> Analista del SGC	<b>Cargo:</b> Director Nacional de Calidad y SGC
<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017

	<b>ANEXO II</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE PEROXIDOS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN:</b> 01
		<b>FECHA:</b> 07/06/2017

## 4. PROCEDIMIENTO

### 4.1 Separación de las fases residuales:

Preparar un montaje con un embudo de separación de 500 ml dentro de la campana de extracción con el fin de realizar la separación de fases orgánica y acuosa de la solución residual; se debe utilizar la protección apropiada (máscara de gases y gafas protectoras) y mantener encendida la campana de extracción. La solución en su gran parte es oscura debido al contenido de almidón, por lo cual es importante fijarse atentamente a la separación de las fases.

- La primera fase que se extrae es la fase orgánica (la más densa que es una mezcla aceitosa acidificada con cloroformo) que se debe dejar sedimentar, luego abrir la llave del embudo y dejar caer directamente al frasco rotulado (Anexo 5.3).
- La segunda fase es la fase acuosa (ácido acético al 43% aproximadamente); cuando la fase orgánica ha sido separada en su totalidad se abre la llave del embudo nuevamente y se deja fluir directamente al frasco rotulado (Anexo 5.4).

Si después de realizar la separación de ambas fases, aun se observan dos fases, repetir nuevamente este proceso hasta separar completamente ambas fases.


### 4.2 Tratamiento del residuo: Fase acuosa.

Por cada 400 ml de residuo, agregar 425 ml de solución de hidróxido de sodio 5 M y medir con un pH-metro; la solución debe encontrarse a un pH entre 6.5 y 7.5, si no se encuentra en este punto, ajustar con soluciones de hidróxido o ácido clorhídrico.

### 4.3 Tratamiento del residuo: Fase orgánica.

Para la fase orgánica es necesario realizar un montaje de destilación por columna de

Elaboró	Revisó	Aprobó
Cargo: Practicante Aux. Calidad	Cargo: Analista del SGC	Cargo: Director Nacional de Calidad y SGC
Fecha: 07 junio 2017	Fecha: 07 junio 2017	Fecha: 07 junio 2017

	<b>ANEXO II</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE PEROXIDOS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN:</b> 01
		<b>FECHA:</b> 07/06/2017

fraccionamiento Vigreux para mayor rendimiento, la destilación requiere un total de 4 a 5 horas para obtener el mayor volumen de destilado requerido (Anexo 5.5).


Agregar el residuo orgánico contenido en el frasco ámbar al balón de destilación, adicionar cuatro (4) perlas de ebullición al balón y ajustar el balón a la columna; asegurar que las conexiones se encuentren firmes. Iniciar el calentamiento de la solución utilizando la plancha térmica a una temperatura de 60 a 65°C (nivel 4-5 para plancha Corning); mover suavemente el balón cada 15 minutos para estabilizar el calor interno y evitar el ascenso del destilado por la columna. Después de 1 hora, o al generarse condensación dentro de la columna, encender el sistema recirculador de agua, el cual debe tener un nivel de agua apropiado e introducir de 2 a 3 pilas térmicas para mantener una temperatura baja en el agua; eventualmente, ajustar el flujo de agua del recirculador a nivel 6, evitando que haya demasiada presión dentro del condensador o se presente un sobrecalentamiento del equipo. Colocar al final del montaje un embudo de separación o erlenmeyer de 250 ml en un cristalizador con agua fría donde se recibirá el destilado deseado. Cerrar la campana de extracción y revisar cada 30 minutos de que el montaje se encuentre en proceso e ir reemplazando las pilas térmicas dentro del recirculador de agua.

El destilado debe ser traslucido y no se debe presentar una separación de fases (si esto ocurre, se generará una emulsión de la solución), en este caso, mantener frío el destilado recolectado. Cuando no se observe más destilado al final del montaje, retirar el balón del calor y a su vez, el destilado obtenido en el erlenmeyer adicionarlo a un embudo de separación; la primera fase por extraer será el cloroformo destilado, mientras que la segunda será agua acidificada.

Almacenar el cloroformo destilado y llevar a refrigeración.

Al residuo aceitoso que queda en el balón de destilación, agregar 30 ml de hidróxido de sodio 5M y descartar directamente al alcantarillado para evitar adhesión del residuo al balón.

Elaboró	Revisó	Aprobó
<b>Cargo:</b> Practicante Aux. Calidad	<b>Cargo:</b> Analista del SGC	<b>Cargo:</b> Director Nacional de Calidad y SGC
<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017

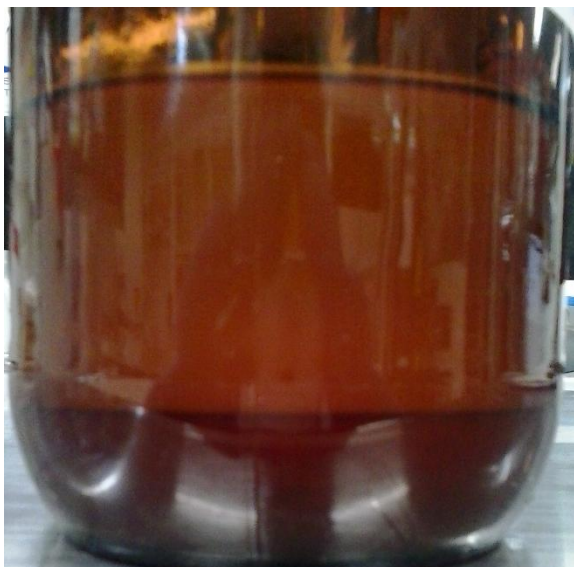
	<b>ANEXO II</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE PEROXIDOS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN:</b> 01
		<b>FECHA:</b> 07/06/2017

#### 4.4 Envasado y etiquetado:

Luego de tomar el destilado, envasar en frío al frasco rotulado como “Cloroformo destilado”; si es necesario, tomar la densidad del destilado utilizando un picnómetro para su determinación, su porcentaje de error en diferencia a la densidad real del cloroformo debe ser igual o menor al 5%. Si es considerado como cloroformo para utilizar, almacenar para reutilizar en la mezcla de la solución Ácido acético-Cloroformo 3:2 (Anexo 5.6).

### 5. ANEXOS


**Anexo 5.1.** Separación de fases en frasco residual.



**Anexo 5.2.** Separación de fases en embudo de Separación.



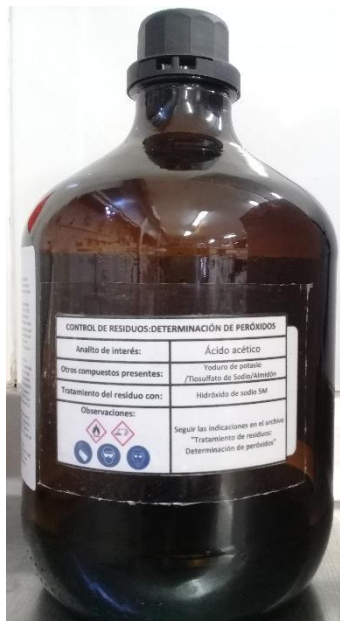
Elaboró	Revisó	Aprobó
Cargo: Practicante Aux. Calidad	Cargo: Analista del SGC	Cargo: Director Nacional de Calidad y SGC
Fecha: 07 junio 2017	Fecha: 07 junio 2017	Fecha: 07 junio 2017

	<b>ANEXO II</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE PEROXIDOS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN: 01</b>
		<b>FECHA: 07/06/2017</b>

**Anexo 5.3.** Frasco de residuos, cloroformo



**Anexo 5.4.** Frasco de residuos, ácido acético




**Anexo 5.5.** Montaje de destilación fraccionada.



**Anexo 5.6.** Frasco para cloroformo Destilado



Elaboró	Revisó	Aprobó
Cargo: Practicante Aux. Calidad	Cargo: Analista del SGC	Cargo: Director Nacional de Calidad y SGC
Fecha: 07 junio 2017	Fecha: 07 junio 2017	Fecha: 07 junio 2017

	<b>ANEXO II</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>TRATAMIENTO DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE PEROXIDOS</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN:</b> 01
		<b>FECHA:</b> 07/06/2017


## 8. DOCUMENTO DE REFERENCIA



Determinación de índice de peróxidos (NTC 236). Código CM-AC-P-017

INSTITUTO COLOMBIANO DE NORMAS TÉCNICAS Y CERTIFICACIÓN. Gasas y aceites vegetales y animales. Determinación del índice de peróxido. Bogotá: ICONTEC, 2011. 2e: il. (NTC 236)


Elaboró	Revisó	Aprobó
<b>Cargo:</b> Practicante Aux. Calidad	<b>Cargo:</b> Analista del SGC	<b>Cargo:</b> Director Nacional de Calidad y SGC
<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017	<b>Fecha:</b> 07 junio 2017



	<b>ANEXO III</b> <b>PROCEDIMIENTO ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD</b> <b>ETIQUETADO DE FRASCOS RESIDUALES</b>	<b>CÓDIGO:</b>
		<b>VERSIÓN:</b> 01
		<b>FECHA:</b> 07/06/2017

CONTROL DE RESIDUOS: DETERMINACION DE CLORUROS		CONTROL DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE PERÓXIDOS	
<b>Analito de interés:</b>	Cromato de potasio	<b>Analito de interés:</b>	Cloroformo/Ácido acético
<b>Otros compuestos presentes:</b>	Cloruro de plata, Nitrato de plata	<b>Otros compuestos presentes:</b>	Aceites residuales/Yoduro de potasio/Tiosulfato de Sodio/Almidón
<b>Tratamiento del residuo con:</b>	Nitrato de plata 0.1N	<b>Tratamiento del residuo con:</b>	Separación de fases
<b>Observaciones:</b>  <p>Seguir las indicaciones en el procedimiento "Tratamiento de residuos: Determinación de cloruros".</p> $V_{AgNO_3, 0.1N (mL)} = \frac{\# \text{ Determinaciones} \times 100}{19,419}$		<b>Observaciones:</b>  <p>Utilizar embudo de separación para separar apropiadamente la fase acuosa de la fase orgánica.</p>	

CONTROL DE RESIDUOS: DETERMINACION DE PERÓXIDOS		CONTROL DE RESIDUOS: DETERMINACIÓN DE PERÓXIDOS	
<b>Analito de interés:</b>	Cloroformo	<b>Analito de interés:</b>	Ácido acético
<b>Otros compuestos presentes:</b>	Aceites residuales de origen vegetal y animal	<b>Otros compuestos presentes:</b>	Yoduro de potasio /Tiosulfato de Sodio/Almidón
<b>Tratamiento del residuo con:</b>	Destilación fraccionada	<b>Tratamiento del residuo con:</b>	Hidróxido de sodio 5M
<b>Observaciones:</b>  <p>Realizar el montaje y ejecutar el procedimiento "Tratamiento de residuos: Determinación de peróxidos"</p>		<b>Observaciones:</b>  <p>Seguir las indicaciones en el procedimiento "Tratamiento de residuos: Determinación de peróxidos"</p>	

CONTROL DE RESIDUOS: DETERMINACION DE PERÓXIDOS	
<b>Analito de interés:</b>	Cloroformo
<b>Otros compuestos presentes:</b>	No presente
<b>Observaciones:</b>  <p>Destilado obtenido de la fase orgánica, apto para reutilización en determinación de peróxidos.</p>	